МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

СУРЬМА

Методы определения никеля

Antimony. Methods for the determination of nickel

ГОСТ 1367.6—83

Взамен ГОСТ 1367.6—76

ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 16 декабря 1983 г. № 6013 дата введения установлена 01.01.85

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический и атомно-абсорбционный методы определения никеля от 0,005 до 0,05 % в сурьме марок Су00 и Су0.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа и требования безопасности — по ГОСТ 1367.0—83.

2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании в щелочной среде окрашенного комплексного соединения никеля с диметилглиоксимом в присутствии окислителя — брома. До 0,2 г сурьмы определению не мешает, поэтому отделение никеля не проводится.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр любого типа для измерения в видимой области спектра.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 50, 100 см^3.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 50, 100 см^3 и 1 дм^3.

Пипетки с делениями по НТД вместимостью 1, 2, 5 и 10 см^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой долей 25 %.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 30 %.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, разбавленный 1:1.

Бром по ГОСТ 4109—79.

Вода бромная: 5 г брома помещают в склянку с притертой пробкой вместимостью 200—300 см^3, приливают 100 см^3 воды и энергично встряхивают склянку, изредка приоткрывая пробку, чтобы выпустить скопившиеся пары брома.

Спирт этиловый питьевой по ГОСТ 5963—67*.

Диметилглиоксим по ГОСТ 5828—77, спиртовой раствор с массовой долей 1 %.

Никель металлический по ГОСТ 492—73.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51723—2001.

gost.e-ecolog.ru

Стандартные растворы никеля.

Раствор А: 0,1 г металлического никеля помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты и 2 см³ азотной кислоты. Содержимое стакана нагревают и выпаривают почти досуха. Затем приливают 5 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют два раза. После охлаждения сухой остаток смачивают 5 см³ соляной кислоты, приливают примерно 20 см³ воды, нагревают, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг никеля.

Раствор Б: 10 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки.

1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг никеля.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску сурьмы массой 0,2 г марок Су00, Су0 или массой 0,1 г марки Су2 помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют при нагревании и непрерывном перемешивании в 5 см³ соляной кислоты с добавлением по каплям перекиси водорода. После растворения навески содержимое колб выпаривают до влажных солей, приливают 5 см³ раствора винной кислоты, 10 см³ воды и кипятят в течение 1 мин.

К раствору добавляют бромную воду до появления неисчезающего желтого окрашивания, нейтрализуют аммиаком (1:1) до щелочной реакции по лакмусу и приливают 1 см³ аммиака в избыток. Затем добавляют воды примерно 10—20 см³, 1 см³ раствора диметилглиоксима, 2 см³ бромной воды и переводят раствор в мерную колбу вместимостью 50 см³, доливая водой до метки. После добавления каждого реактива раствор перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 550 нм в кювете длиной 50 мм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта. Массу никеля в растворе пробы устанавливают по градуировочному графику.

2.2.2. *Построение градуировочного графика*

В стаканы вместимостью 50—100 см³ приливают последовательно 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 и 6,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05 и 0,06 мг никеля. Затем добавляют в каждый стакан 5 см³ раствора винной кислоты, примерно 10 см³ воды, приливают бромную воду до желтого окрашивания, нейтрализуют аммиаком (1:1) до щелочной реакции по лакмусу, добавляя его в избыток 1 см³, и далее поступают как указано в п. 2.2.1.

По найденным значениям оптических плотностей и соответствующим им массовым долям никеля строят градуировочный график.

2.3. *Обработка результатов*

2.3.1. Массовую долю никеля (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m_2 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса никеля в растворе анализируемой пробы, найденная по градуировочному графику, мг;

m_2 — масса навески сурьмы, г.

2.3.2. Разность двух результатов параллельных определений и разность двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0,95$ не должна превышать абсолютного допускаемого расхождения сходимости и воспроизводимости, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля никеля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,0050 до 0,010 включ.	0,0015	0,002
Св. 0,010 » 0,020 »	0,002	0,003
» 0,020 » 0,050 »	0,004	0,005

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3.3. Метод применяется при разногласиях в оценке качества сурьмы.

3. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Метод основан на измерении атомного поглощения никеля при введении растворов проб и растворов сравнения в пламя пропан—бутан—воздух или ацетилен—воздух.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный Перкин-Элмер 503 или другой аналогичный атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Газ пропан-бутан по ГОСТ 20448—90.

Стаканы стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336—82 вместимостью 50, 100 см³.

Колбы мерные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 25, 50 см³, 1 дм³.

Пипетки с делениями по НТД вместимостью 1, 2, 5 и 10 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота винная по ГОСТ 5817—77, раствор с массовой долей 25 %.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 30 %.

Никель металлический по ГОСТ 492—73.

Стандартный раствор никеля: 0,1 г металлического никеля помещают в стакан вместимостью 100 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты, 2 см³ азотной кислоты. Содержимое стакана нагревают и выпаривают почти досуха. Затем приливают 5 см³ соляной кислоты и снова выпаривают досуха. Обработку соляной кислотой повторяют два раза. После охлаждения сухой остаток смачивают 5 см³ соляной кислоты, приливают примерно 20 см³ воды, нагревают, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора содержит 0,1 мг никеля.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Навеску сурьмы массой 0,5 г марок Су00, Су0 или массой 0,1 г марки Су2 помещают в стакан вместимостью 50—100 см³, приливают 5 см³ соляной кислоты и по каплям, перемешивая, добавляют перекись водорода. После растворения навески приливают 5 см³ винной кислоты, 5—10 см³ воды и нагревают до кипения. Раствор кипятят, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 25 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

Полученный раствор сурьмы распыляют в пламя и измеряют абсорбцию при длине волны 232,1 нм.

Одновременно проводят два контрольных опыта со всеми применяемыми реактивами. Усредненную величину абсорбции раствора контрольного опыта вычитают из величины абсорбции раствора анализируемой пробы. Массу никеля в растворе анализируемой пробы определяют по градуировочному графику.

3.2.2. *Построение градуировочного графика*

В стакан вместимостью 50—100 см³ помещают по 0,5 г сурьмы марки Су0000, приливают по 5 см³ соляной кислоты и растворяют сурьму при нагревании с добавлением по каплям перекиси водорода. После растворения сурьмы добавляют 0,2; 0,4; 0,6 и 0,8 см³ стандартного раствора, что соответствует 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 мг никеля. Затем приливают в каждый стакан по 5 см³ винной кислоты, 5—10 см³ воды. Растворы кипятят, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 25 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Концентрация никеля в растворах сравнения соответственно равна 0,8; 1,6; 2,4; 3,2 мг/дм³.

Растворы сравнения распыляют в пламя в порядке возрастания содержания никеля. Измерение аналитического сигнала A для каждого раствора сравнения и раствора пробы проводят по три раза и вычисляют соответствующие средние арифметические значения $\overline{A} = \frac{1}{3}(A_1 + A_2 + A_3)$ для каждого раствора. По средним значениям $\overline{A}$ для растворов сравнения строят градуировочный график. По оси абсцисс откладывают концентрацию никеля в мг/дм³, а по оси ординат — абсорбцию.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю никеля *(X)* в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot V \cdot 100}{m \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где c — концентрация никеля в растворе пробы, найденная по градуировочному графику и по среднему значению $\overline{A}$, полученному для раствора пробы, мг/дм^3;

V — объем раствора пробы, см^3;

m — масса навески сурьмы, г.

3.3.2. Разность двух результатов параллельных определений и разность двух результатов анализа при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должна превышать абсолютного допускаемого расхождения сходимости и воспроизводимости, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля никеля, %	Абсолютное допускаемое расхождение, %	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,020 »	0,003	0,004
» 0,020 » 0,050 »	0,005	0,006

(Измененная редакция, Изм. № 1).

gost.e-ecolog.ru